

Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11) EP 1 127 601 A2

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:  
29.08.2001 Patentblatt 2001/35

(51) Int Cl.7: B01D 3/14

(21) Anmeldenummer: 01103686.0

(22) Anmeldetag: 23.02.2001

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE TR  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
AL LT LV MK RO SI

- Hartmann, Horst  
67459 Böhl-Iggelheim (DE)
- Kalbel, Gerd, Dr.  
68623 Lampertheim (DE)
- Harms, Guido, Dr.  
67117 Limburgerhof (DE)

(30) Priorität: 24.02.2000 DE 10008634

(71) Anmelder: BASF AKTIENGESELLSCHAFT  
67056 Ludwigshafen (DE)

(74) Vertreter: Isenbruck, Günter, Dr. et al  
Patent- und Rechtsanwälte,  
Bardehle-Pagenberg-Dost-Altenburg-Geissler-I  
senbruck  
Theodor-Heuss-Anlage 12  
68165 Mannheim (DE)

(72) Erfinder:  
• Burst, Wolfram  
68199 Mannheim (DE)

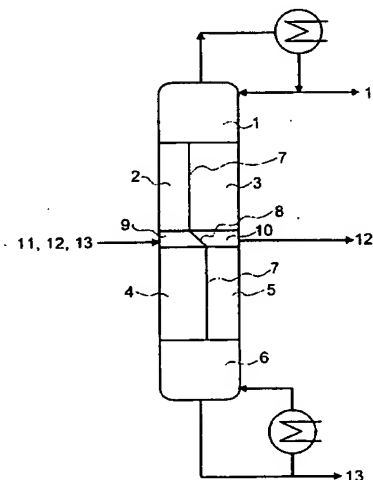
(54) Trennwandkolonne zur Auftrennung eines Vielstoffgemisches

(57) Die Erfindung betrifft eine Trennwandkolonne,  
die folgende Segmente aufweist:

- a) Einen oberen Kolonnenbereich (1),
- b) ein Verstärkungsteil (2) des Zulaufteils,
- c) ein Abtriebsteil (4) des Zulaufteils,
- d) ein oberen Teil (3) des Entnahmeteils,
- e) ein unteren Teil (5) des Entnahmeteils,
- f) einen Zwischenbereich (9) des Zulaufteils,
- g) einen Zwischenbereich (10) des Entnahmeteils  
und
- h) einen unteren Kolonnenbereich (6)

Wesentlich ist, daß die Trennwand (7) zwischen  
den Segmenten b) (2) und d) (3) sowie zwischen den  
Segmenten c) (4) und e) (5) senkrecht angeordnet ist,  
die Segmente b) (2), d) (3), c) (4) und e) (5) trennwir-  
ksame Einbauten aufweisen und die Querschnittsfläche  
 $A_b$  des Segmentes b) (2) um mindestens 10% kleiner  
ist als die Querschnittsfläche  $A_d$  von Segment d) (3), so-  
wie die Querschnittsfläche  $A_c$  des Segmentes c) (4) um  
mindestens 10% größer ist als die von Segment e) (5).

FIG.2



EP 1 127 601 A2

## Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft eine Trennwandkolonne zur Auftrennung eines Vielstoffgemischs und ein Verfahren zur destillativen Reingewinnung von p-Methoxyzimtsäureethylhexylester.

[0002] Bei der Auftrennung von Zulaufgemischen in mehr als zwei hochreine Fraktionen - zum Beispiel in Leichtsieder, Mittelsieder und Hochsieder - müssen normalerweise mehrere Destillationskolonnen eingesetzt werden. Um den apparativen Aufwand zu begrenzen, setzt man bei der Auftrennung von Vielstoffgemischen, die aus mehr als zwei Komponenten bestehen, Kolonnen ein, die sich für die Seitenentnahme flüssiger und gasförmiger Medien eignen. Die Anwendungsmöglichkeit von Destillationskolonnen mit Seitenabzügen ist jedoch dadurch stark eingeschränkt, daß die an den Seitenabzugsstellen entnommenen Produkte normalerweise nicht völlig rein sind. Bei Seitenentnahmen im Verstärkungsteil einer Destillationsvorrichtung, die üblicherweise in flüssiger Form erfolgen, enthalten die Seitenprodukte noch Anteile an leichtsiedenden Komponenten, die im Normalfall über Kopf abgetrennt werden. Entsprechendes gilt für Seitenentnahmen im Abtriebsteil, die meist dampfförmig erfolgen und bei denen entnommene Seitenprodukte noch Anteile des Hochsieders aufweisen. Bei der Verwendung solcher konventioneller Seitenabzugskolonnen werden praktisch immer verunreinigte Seitenprodukte erhalten - die Verwendung von Seitenabzugskolonnen ist daher zur Gewinnung von Reinstoffen ungeeignet.

[0003] Insbesondere zur Isolierung von mittelsiedenden Reinstoffen aus Vielstoffgemischen müssen somit in der Regel Kolonnenanordnungen, die aus mindestens zwei separaten Kolonnen bestehen, eingesetzt werden.

[0004] Eine vorteilhafte Alternative sind sogenannte Trennwandkolonnen. Der Einsatz von Trennwandkolonnen ermöglicht es, Seitenprodukte, also mittelsiedende Komponenten, ebenfalls in reiner Form aus Vielstoffgemischen zu isolieren. Bei Trennwandkolonnen ist im mittleren Bereich eine Trennwand angebracht. Diese erstreckt sich oberhalb und unterhalb der Zulaufstelle. Auf der anderen Seite, die sich gegenüber der Zulaufstelle befindet, ist mindestens eine Seitenabzugsstelle angeordnet, die sich auf gleicher Höhe, unterhalb oder oberhalb der Zulaufstelle befindet. Zwischen Seitenabzugsstelle und Zulaufstelle befindet sich die Trennwand. Diese ist senkrecht angeordnet. In dem Kolonnenbereich, der durch die Trennwand geteilt wird, ist eine Quervermischung von Flüssigkeits- und Brüdenströmen nicht möglich. Dadurch verringert sich bei der Auftrennung von Vielstoffgemischen die Zahl der insgesamt benötigten Destillationskolonnen. Eine Trennwandkolonne weist in der Regel folgende Segmente auf:

- Einen oberen Kolonnenbereich, der sich oberhalb der Trennwand befindet,

- einen Zulaufteil, der sich auf der Seite der Zulaufstelle befindet und seitlich durch die Trennwand abgegrenzt wird,
- einen Entnahmeteil, der sich auf der Seite der Seitenabzugsstelle befindet und seitlich durch die Trennwand abgegrenzt wird und
- einen unteren Kolonnenbereich, der sich unterhalb der Trennwand befindet

[0005] Der Verstärkungsteil des Zulaufteils ist der obere Bereich des Zulaufteils, welcher sich oberhalb der Zulaufstelle befindet, und der Abtriebsteil des Zulaufteils ist der untere Teil des Zulaufteils, der sich unterhalb der Zulaufstelle befindet. Der Entnahmeteil ist in einen oberen Teil, der sich oberhalb der Seitenabzugsstelle befindet und einen unteren Teil, der sich unterhalb der Seitenabzugsstelle befindet, unterteilt. Eine Trennwandkolonne ist im Prinzip eine apparative Vereinfachung von thermisch gekoppelten Destillationskolonnen, wobei jedoch letztere höhere Investitionskosten aufweisen. Trennwandkolonnen und thermisch gekoppelte Kolonnen bieten gegenüber der Anordnung von konventionellen Destillationskolonnen sowohl hinsichtlich des Energiebedarfs als auch der Investitionskosten Vorteile und werden daher bevorzugt industriell eingesetzt. Trennwandkolonnen können sowohl als Füllkörper oder geordnete Packungen enthaltende Packungskolonnen oder als Bodenkolonnen ausgestaltet sein. Werden Packungskolonnen eingesetzt, so sind geordnete Gewebepackungen mit einer spezifischen Oberfläche von 300 bis 800 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, bevorzugt von 500 bis 750 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, besonders geeignet. Üblicherweise sind Trennwandkolonnen so ausgestaltet, daß die Trennwand senkrecht verläuft und die Querschnittsflächen des Entnahmeteils und des Zulaufteils gleich groß sind. Weitere Informationen über Trennwandkolonnen sind beispielsweise in der EP-A-0 122 367, in der EP-B-0 126 288 und in der EP-B-0 133 510 aufgeführt.

[0006] Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist, eine Trennwandkolonne bereitzustellen, die insbesondere bei niedrigen Betriebsdrücken von ca. 0,5 bis 20 mbar kostengünstiger und mit besserer Trennleistung arbeitet als bisher bekannte Trennwandkolonnen. Dabei soll insbesondere darauf geachtet werden, daß die Segmente dieser Trennwandkolonne bei dem Destillationsverfahren optimal genutzt werden.

[0007] Die Lösung dieser Aufgabe ist dann eine Trennwandkolonne, die im mittleren Bereich durch eine Trennwand in ein Zulaufteil und einen Entnahmeteil aufgliedert ist, aufweisend als Segmente

- a) einen oberen Kolonnenbereich,
- b) ein Verstärkungsteil des Zulaufteils,
- c) ein Abtriebsteil des Zulaufteils,
- d) ein oberen Teil des Entnahmeteils,
- e) ein unteren Teil des Entnahmeteils,
- f) einen Zwischenbereich des Zulaufteils,
- g) einen Zwischenbereich des Entnahmeteils und

h) einen unteren Kolonnenbereich,

wobei die Trennwand zwischen den Segmenten b) und d) sowie zwischen den Segmenten c) und e) senkrecht angeordnet ist, die Segmente b), d), c) und e) trenn wirksame Einbauten aufweisen und die Querschnittsfläche  $A_b$  des Segmentes b) um mindestens 10 % kleiner ist als die Querschnittsfläche  $A_d$  von Segment d), sowie die Querschnittsfläche  $A_c$  des Segmentes c) um mindestens 10 % größer ist als die Querschnittsfläche  $A_e$  von Segment e).

[0008] Segment f) befindet sich zwischen den Segmenten b) und c) und entsprechend Segment g) zwischen den Segmenten d) und e). Meist weisen die Segmente b) und d) die gleiche Anzahl und die gleichen Typen von trenn wirksamen Einbauten auf. In der Regel enthalten die Segmente c) und e) die gleiche Anzahl und die gleichen Typen von trenn wirksamen Einbauten. Der obere Kolonnenbereich und der untere Kolonnenbereich enthalten bevorzugt trenn wirksame Einbauten - der Zwischenbereich weist jedoch meist keine trenn wirksamen Einbauten auf.

[0009] Der Vorteil der erfindungsgemäßen Trennwandkolonne ist, daß insbesondere bei niedrigen Betriebsdrücken von ca. 0,5 bis 20 mbar die entsprechende destillative Trennung kostengünstiger und mit einer besseren Trennleistung ausführbar ist als vergleichsweise mit einer Trennwandkolonne nach dem Stand der Technik. Diese vorteilhaften Ergebnisse werden insbesondere bei solchen Anwendungsfällen erreicht, bei denen - bedingt durch das aufgegebene Vielstoffgemisch - die Belastung in den Segmenten b) und e) vergleichsweise niedrig und in den Segmenten c) und d) vergleichsweise hoch ist. Somit werden die Segmente entsprechend dem F-Faktor dimensioniert. Der F-Faktor ist ein Maß für die Belastung, die durch den Gasstrom in der Kolonne hervorgerufen wird - ein Maß für den Impuls dieses Gases (F-Faktor: Gasgeschwindigkeit in der Dimension m/s multipliziert mit der Wurzel der Gasdichte in der Dimension  $\text{kg/m}^3$ ). Bei einem höheren F-Faktor wird entsprechend in dem betreffenden Segment eine größere Querschnittsfläche bereitgestellt. Dies führt zu einer optimalen Belastung des entsprechenden Segmentes und somit zu einer besseren Trennleistung. Umgekehrt werden Segmente, die weniger stark belastet werden, kleiner dimensioniert, somit wird eine hinreichende Benetzung der enthaltenden trenn wirksamen Einbauten mit einem Flüssigkeitsfilm gewährleistet; falls letztere Segmente größer dimensioniert wären, wären entsprechende trenn wirksame Einbauten normalerweise nicht vollständig benetzt. Eine vollständige Benetzung der trenn wirksamen Einbauten ist jedoch Voraussetzung für eine hohe Trennleistung. Die erfindungsgemäße Trennwandkolonne kann somit an die jeweilige Trennaufgabe optimal angepaßt werden - es werden keine Segmente eingebaut, welche für das entsprechende Trennproblem eine unnötig hohe Dimensionierung aufweisen, wodurch der apparative Aufwand ver-

ringert wird, und das entsprechende Trennverfahren kostengünstiger gestaltet werden kann.

[0010] Die Segmente können gegebenenfalls auch mit unterschiedlichen trenn wirksamen Einbauten und Verteilungseinrichtungen für Flüssigkeit bestückt sein. Bei Anwendungen im Vakuumbereich können spezielle Verteiler vorgesehen werden, deren Auslegung und Dimensionierung im Rahmen der Festlegung der Querschnittsverhältnisse der Segmente erfolgt. Die Wahl der entsprechenden Querschnittsverhältnisse wird meist so vorgenommen, daß sich insbesondere bei niedrigen Betriebsdrücken von etwa 0,5 bis ca. 20 mbar bei Vorliegen von niedrigen Flüssigkeitsberieselungsdichten günstige Bedingungen für die Flüssigkeitsverteilung ergeben. Die Trenneinbauten in den Segmenten werden in der Regel so ausgewählt, daß sich minimale Investitionskosten dafür ergeben. Das bevorzugte Verhältnis der Querschnittsflächen hängt vom Aufteilungsverhältnis der Flüssigkeit am oberen Ende der Trennwand und von dem Betriebsdruck P ab. Unter dem Betriebsdruck soll der Kopfdruck der Trennwandkolonne verstanden werden.

In der Regel ist die Querschnittsfläche  $A_b$  des Segmentes b) um mindestens 40 %, bevorzugt um mindestens 60 %, kleiner als die Querschnittsfläche  $A_d$  von Segment d). Außerdem ist meist die Querschnittsfläche  $A_c$  des Segmentes c) um mindestens 40 %, bevorzugt um mindestens 60 %, größer als die Querschnittsfläche  $A_e$  von Segment e).

[0011] In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung beträgt der Betriebsdruck P zwischen 0,0005 und 10 bar und die berechneten Verhältnisse der Querschnittsflächen  $A'_b / A'_d$  sowie  $A'_c / A'_e$  ergeben sich aus folgenden Beziehungen:

$$\frac{A'_b}{A'_d} = \left( \frac{m_{s,b}}{m_{s,d}} \right) \times \left( \frac{m_{i,b}}{m_{i,d}} \right)^C$$

$$\frac{A'_c}{A'_e} = \left( \frac{m_{s,c}}{m_{s,e}} \right) \times \left( \frac{m_{i,c}}{m_{i,e}} \right)^C$$

[0012] Dabei bedeuten  $A'_b$ ,  $A'_d$ ,  $A'_c$ ,  $A'_e$  die zur Berechnung vorgesehenen Querschnittsflächen der Segmente b, d, c, e;  $m_{s,b}$ ,  $m_{s,d}$ ,  $m_{s,c}$ ,  $m_{s,e}$  die durch die Segmente b, d, c, e strömenden Gasvolumenströme, gemessen in  $\text{m}^3/\text{h}$ ,  $m_{i,b}$ ,  $m_{i,d}$ ,  $m_{i,c}$ ,  $m_{i,e}$  die durch die Segmente b, d, c, e strömenden Flüssigkeitsvolumenströme, gemessen in  $\text{m}^3/\text{h}$  und der Exponent C ergibt sich als betriebsdruckabhängige Variable aus der in Figur 3 dargestellten, empirisch ermittelten Funktion. Dabei weichen die berechneten Verhältnisse  $A'_b / A'_d$  sowie  $A'_c / A'_e$  von den entsprechenden, tatsächlich vorliegenden Verhältnissen  $A_b / A_d$  sowie  $A_c / A_e$  um maximal 30%, bevorzugt

um maximal 20%, ab. In der Trennwandkolonne können auch für geordnete Packungen entsprechend gewünschte Flächenverhältnisse realisiert werden, da die Fertigung der geordneten Packungselemente bei den Herstellerfirmen inzwischen üblicherweise computergesteuert erfolgt.

**[0013]** Bei der Auslegung der Trennwandkolonne sollte die Aufteilung der Trennstufen bevorzugt so vorgenommen werden, daß die Bauhöhe des Segments b) mit der des Segments e) und die Bauhöhe des Segmentes c) mit der des Segmentes d) möglichst gut übereinstimmt. Falls sich jedoch entsprechend ungleiche Bauhöhen der Trenneinbauten nicht umgehen lassen, werden in den Segmenten b) und e) oder in den Segmenten c) und d) Teilbereiche nicht mit Trenneinbauten versehen. Durch eine geeignete Wahl von Trenneinbauten verschiedener Trennleistung lassen sich solche Freiräume jedoch in der Praxis meist vermeiden.

**[0014]** Häufig beträgt der Betriebsdruck der Trennwandkolonne 0,0005 bis 0,02 bar und es werden Flüssigkeitsverteiler eingesetzt, bei denen die Flüssigkeitsverteilung nach dem Anstauprinzip und die nachgeschaltete Flüssigkeitsfeinverteilung nach dem Kapillarprinzip erfolgt. Die Zahl der Abtropfstellen beträgt vorzugsweise etwa 200/m<sup>2</sup> bis 1000/m<sup>2</sup>. Bevorzugte Bauarten sind Kanalrinnenverteiler. Es eignen sich sowohl Kanalrinnenverteiler, bei denen die kapillare Flüssigkeitsverteilung kreisförmig, als auch solche, bei denen die kapillare Flüssigkeitsverteilung linear angeordnet ist. Den verschiedenen Bauarten ist jedoch gemeinsam, daß diese kleine Querschnittsflächen aufgeben können. Gemeinsam mit den optimierten Querschnittsverhältnissen der Segmente ergeben sich somit günstige Bauformen für Kolonnen, welche bei niedrigen Drücken von 0,5 bis 10 mbar arbeiten.

**[0015]** Häufig werden als trennwirksame Einbauten geordnete Packungen in Kreuzkanalstruktur eingesetzt. Dabei ist die oberste Packung unterhalb der Flüssigkeitsverteiler meist so ausgerichtet, daß die einzelnen Schichten parallel zur Trennwand ausgerichtet sind.

**[0016]** Bei der Konstruktion der Trennwandkolonne wird die Trennwand bevorzugt durch Einschweißen an die Kolonnenwand befestigt. Es ist jedoch auch prinzipiell möglich, dabei lösbare Verbindungen vorzusehen, oder die Trennwand, wie in der EP-A-0 804 951 beschrieben, lose zwischen den Packungen zu montieren. Das Stück der Trennwand, welches sich zwischen den Segmenten f) und g) befindet, wird in der Regel durch Einschweißen befestigt. Dabei ist die Trennwand zwischen den Segmenten f) und g) in der Regel schräg angeordnet, wobei diese meist gegen die Horizontale einen Winkel von 25 bis 75°, bevorzugt von 55 bis 65°, bildet. Bei dieser Anordnung werden Verwirbelungen des Gasstroms, welche die Trennleistung beeinträchtigen können, weitgehend vermieden.

**[0017]** In der Regel wird die Flüssigkeit auf den Zulaufteil mit Hilfe einer Pumpe gefördert oder über eine

statische Zulaufhöhe von mindestens ca. Im mengenregelt aufgegeben. Die Regelung wird meist so eingestellt, daß die auf den Zulaufteil aufzugebene Flüssigkeitsmenge nicht unter 30% des "Normalwertes" (als Normalwert soll die Menge angesehen werden, die bei dem entsprechenden kontinuierlichen Verfahren im zeitlichen Mittel pro Zeiteinheit an einer bestimmten Stelle anfällt) sinken kann. Meist wird die Aufteilung der aus dem Segment d) im Entnahmeteil ablaufenden Flüssigkeit auf den Seitenabzug und auf das Segment e) im Entnahmeteil durch eine Regelung so eingestellt, daß die auf das Segment e) aufzugebene Flüssigkeitsmenge nicht unter 30% des "Normalwertes" sinken kann.

**[0018]** Zur Entnahme und Aufteilung der Flüssigkeit am oberen Ende der Trennwand und an der Seitenentnahmestelle eignen sich sowohl innenliegende, als auch außerhalb der Kolonne angeordnete Auffangräume für die Flüssigkeit, welche die Funktion einer Pumpenvorlage übernehmen. Bei Bodenkolonnen ist es besonders günstig, hierzu den Ablaufschacht auf etwa das 2- bis 3-fache der üblichen Höhe zu vergrößern und in dem Ablaufschacht die entsprechende Flüssigkeitsmenge zu speichern. Bei der Verwendung von gepackten Kolonnen wird die Flüssigkeit zunächst in Sammlern gefaßt und von dort aus in einen innenliegenden oder außenliegenden Auffangraum geleitet. Allgemein bieten Schwenktrichter eine kostengünstige Alternative. Im Fall von Bodenkolonnen und bei Vorliegen von höheren Drücken kann die Flüssigkeit auch vorteilhaft in einem Kaminboden angestaut werden.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung enthält das eingeführte Zulaufgemisch als mittelsiedendes Wertprodukt 70 bis 95%, bevorzugt 75 bis 90% p-Methoxyzimtsäureethylhexylester.

**[0019]** Neben p-Methoxyzimtsäureethylhexylester enthält dieses Gemisch außerdem meist noch 1 bis 5% leichtersiedende Nebenprodukte und 5 bis 25% höhersiedende Nebenprodukte. Dann betragen die Trennstufenzahl der entsprechend eingesetzten Trennwandkolonne meist etwa 35 theoretische Trennstufen und die Verhältnisse der Querschnittsflächen  $A_b / A_d$  in der Regel zwischen 1 : 1,6 und 1 : 2,4, bevorzugt 1 : 1,8 bis 1 : 2,2, sowie  $A_c / A_e$  zwischen 1 : 1,6 und 1 : 2,4, bevorzugt zwischen 1 : 1,8 bis 1 : 2,2. Entsprechend wird dann die Trennwandkolonne bei einem Kopfdruck von 1 bis 10 mbar, bevorzugt bei 4 bis 6 mbar, betrieben.

**[0020]** Die vorliegende Erfindung betrifft auch ein Verfahren zur destillativen Reingewinnung von p-Methoxyzimtsäureethylhexylester unter Verwendung einer vorstehend beschriebenen Trennwandkolonne. Das erfindungsgemäße Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß das eingeführte Zulaufgemisch (11, 12, 13) als mittelsiedendes Wertprodukt (12) 70 bis 95%, bevorzugt 75 bis 90%, p-Methoxyzimtsäureethylhexylester enthält.

**[0021]** Die anliegende Zeichnung zeigt

- in Fig. 1 ein Schema einer Trennwandkolonne nach dem Stand der Technik,
- in Fig. 2 ein Schema einer erfindungsgemäßen Trennwandkolonne und
- in Fig. 3 die Abhängigkeit des empirisch ermittelten Exponenten C von dem Betriebsdruck der Trennwandkolonne.

[0022] Fig. 2 zeigt die Auftrennung eines als Vielstoffgemisch vorliegenden Zulaufgemisches 11, 12, 13 in einer erfindungsgemäßen Trennwandkolonne in einen Leichtsieder 11, in ein mittelsiedendes Wertprodukt 12 und in einen Schwersieder 13. Die Trennwand 7, 8 ist in ihrem oberen und unteren Teil 7 senkrecht und in ihrem mittleren Teil 8 schräg angeordnet. Der obere Kolonnenbereich 1 befindet sich oberhalb der Trennwand 7, 8, und der untere Kolonnenbereich 6 ist unterhalb der Trennwand 7, 8 angeordnet. Der Zulauf mündet in Segment f) 9 und die Seitenabzugsstelle ist mit Segment g) 10 verbunden.

[0023] Im folgenden soll die Erfindung anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert werden.

#### Beispiel:

[0024] Die als Versuchskolonne eingesetzte Trennwandkolonne wies einen Durchmesser von 0,2 Meter auf, war über eine Höhe von insgesamt 7 Metern mit Drahtgewebepackungen, die eine spezifische Oberfläche von  $500 \text{ m}^2/\text{m}^3$  aufwies, bestückt und enthielt eine theoretische Trennstufenzahl von insgesamt 41 Stufen. Die Trennwand war zwischen der 8. und der 30. Stufe von unten gezählfestgeschweißt. Die Zulaufstelle und die Entnahmestelle für den flüssigen Seitenabzug waren auf gleicher Höhe angeordnet. Eine Aufteilung der Flüssigkeit auf die Segmente b) 2 und d) 3 der Kolonne erfolgte im Mengenverhältnis 1 : 3. Das Flächenverhältnis der Segmente b) 2 und d) 3 der Kolonne betrug 1 : 2, das Flächenverhältnis der Segmente c) 4 und e) 5 der Kolonne betrug 2 : 1. Der mittlere Bereich 8 der Trennwand 7, 8 war schräg angeordnet und wies einen Winkel von  $60^\circ$  gegen die Horizontale auf. Der Kopfdruck betrug 5 mbar. Das Zulaufgemisch 11, 12, 13 wurde flüssig in einem Mengenstrom von 8,5 kg/h sowie bei einer Temperatur von ca.  $170^\circ$  in die Kolonne eingespeist. Letzteres enthielt 85% p-Methoxyzimtsäureethylhexylester, 5% leichtersiedende Nebenprodukte und 10% höhersiedende Nebenprodukte. Am Kopf der Kolonne wurden bei einem Rücklaufverhältnis von 12 ca. 0,5 kg/h leichtersiedende Nebenprodukte mit einem Restgehalt von 5% p-Methoxyzimtsäureethylhexylester entnommen. Das Sumpfprodukt, das vorwiegend höhersiedende Nebenprodukte enthielt, wurde in einem Mengenstrom von ca. 0,9 kg/h mit einem Gehalt von 5% p-Methoxyzimtsäureethylhexylester abgezogen. Das mittelsiedende Wertprodukt 12 p-Methoxyzimtsäureethylhexylester wurde in einem Mengenstrom von ca. 7,1 kg/h sowie einer Reinheit von  $> 99,5\%$  an der Sei-

tenentnahme flüssig entnommen.

[0025] Der vorstehende Versuch zeigt, daß sich bestimmte Vielstoffgemische effektiv auftrennen lassen - das mittelsiedende Wertprodukt ist in hoher Reinheit isolierbar. Mit der vorstehend beschriebenen erfindungsgemäßen Trennwandkolonne kann bei konstantem Mengenstrom des eingegebenen Zulaufgemisches das mittelsiedende Wertprodukt in einer höheren Reinheit gewonnen werden als vergleichsweise mit einer üblichen Trennwandkolonne nach dem Stand der Technik. Dies ist u.a. bedingt durch den vergleichsweise niedrigen Druckverlust der erfindungsgemäßen Trennwandkolonne. Der niedrige Druckverlust ermöglicht den Betrieb der Trennwandkolonne bei vergleichsweise niedrigen Sumpftemperaturen. Niedrige Sumpftemperaturen bedeuten neben der Energieersparnis außerdem eine reduzierte Bildung von Nebenprodukten, die in den Seitenabzug gelangen können. Eine Trennwandkolonne nach dem Stand der Technik, welche die gleiche Trennleistung erreicht, müßte entsprechend größer ausgelegt werden und würde für ihren Betrieb einen höheren Energieaufwand benötigen.

#### 25 Patentsprüche

1. Trennwandkolonne, die im mittleren Bereich durch eine Trennwand (7, 8) in einen Zulaufteil und einen Entnahmeteil aufgegliedert ist, aufweisend als Seg-

- a) einen oberen Kolonnenbereich (1),
- b) einen Verstärkungsteil (2) des Zulaufteils,
- c) einen Abtriebsteil (4) des Zulaufteils,
- d) einen oberen Teil (3) des Entnahmeteils,
- e) einen unteren Teil (5) des Entnahmeteils,
- f) einen Zwischenbereich (9) des Zulaufteils,
- g) einen Zwischenbereich (10) des Entnahmeteils und
- h) einen unteren Kolonnenbereich (6),

wobei die Trennwand (7) zwischen den Segmenten b) (2) und d) (3) sowie zwischen den Segmenten c) (4) und e) (5) senkrecht angeordnet ist, die Segmente b) (2), d) (3), c) (4) und e) (5) trennwirksame Einbauten aufweisen und die Querschnittsfläche  $A_b$  des Segmentes b) (2) um mindestens 10% kleiner ist als die Querschnittsfläche  $A_d$  von Segment d) (3), sowie die Querschnittsfläche  $A_c$  des Segmentes c) (4) um mindestens 10% größer ist als die Querschnittsfläche  $A_e$  von Segment e) (5).

2. Trennwandkolonne nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Querschnittsfläche  $A_b$  des Segmentes b) (2) um mindestens 40%, bevorzugt um mindestens 60%, kleiner ist, als die Querschnittsfläche  $A_d$  von Segment d) (3).

3. Trennwandkolonne nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Querschnittsfläche  $A_c$  des Segmentes c) (4) um mindestens 40%, bevorzugt um mindestens 60%, größer ist als die Querschnittsfläche von Segment e) (5).

4. Trennwandkolonne nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Trennwand (8) zwischen den Segmenten f) (9) und g) (10) schräg angeordnet ist und gegen die Horizontale einen Winkel von 25 bis 75°, bevorzugt von 55 bis 65°, bildet.

5. Trennwandkolonne nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Betriebsdruck P zwischen 0,0005 und 10 bar beträgt und die berechneten Verhältnisse der Querschnittsflächen  $A'_b / A'_d$  sowie  $A'_c / A'_e$  sich aus folgenden Beziehungen ergeben

$$\frac{A'_b}{A'_d} = \left( \frac{m_{s,b}}{m_{s,d}} \right) \times \left( \frac{m_{i,b}}{m_{i,d}} \right)^C$$

$$\frac{A'_c}{A'_e} = \left( \frac{m_{s,c}}{m_{s,e}} \right) \times \left( \frac{m_{i,c}}{m_{i,e}} \right)^C$$

und  $A'_b$ ,  $A'_d$ ,  $A'_c$ ,  $A'_e$  die zur Berechnung vorgesehenen Querschnittsflächen der Segmente b,d,c,e;  $m_{s,b}$ ,  $m_{s,d}$ ,  $m_{s,c}$ ,  $m_{s,e}$  die durch die Segmente b,d,c,e strömenden Gasvolumenströme, gemessen in  $m^3/h$ ;  $m_{i,b}$ ,  $m_{i,d}$ ,  $m_{i,c}$ ,  $m_{i,e}$  die durch die Segmente b,d,c,e strömenden Flüssigkeitsvolumenströme, gemessen in  $m^3/h$ , bedeuten und der Exponent C sich als betriebsdruckabhängige Variable aus der in Fig. 3 dargestellten, empirisch ermittelten Funktion ergibt, wobei die berechneten Verhältnisse  $A'_b / A'_d$  sowie  $A'_c / A'_e$  von den entsprechenden, tatsächlich vorliegenden Verhältnisse  $A_b / A_d$  sowie  $A_c / A_e$  um maximal 30%, bevorzugt um maximal 20%, abweichen.

6. Trennwandkolonne nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Betriebsdruck 0,0005 bis 0,02 bar beträgt, Flüssigkeitsverteiler eingesetzt werden, bei denen die Flüssigkeitsvorverteilung nach dem Anstauprinzip und die nachgeschaltete Flüssigkeitsfeinverteilung nach dem Kapillarprinzip, erfolgt.

7. Trennwandkolonne nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß als trennwirksame Einbauten geordnete Packungen in Kreuzka-

nalstruktur eingesetzt werden.

8. Trennwandkolonne nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die oberste Packungslage unterhalb der Flüssigkeitsverteiler so ausgerichtet ist, daß die einzelnen Schichten parallel zur Trennwand (7, 8) ausgerichtet sind.

9. Verfahren zur destillativen Reingewinnung von p-Methoxyzimtsäureethylhexylester unter Verwendung einer Trennwandkolonne gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß das eingeführte Zulaufgemisch (11, 12, 13) als mittelsiedendes Wertprodukt (12) 70 bis 95%, bevorzugt 75 bis 90%, p-Methoxyzimtsäureethylhexylester enthält.

FIG.1

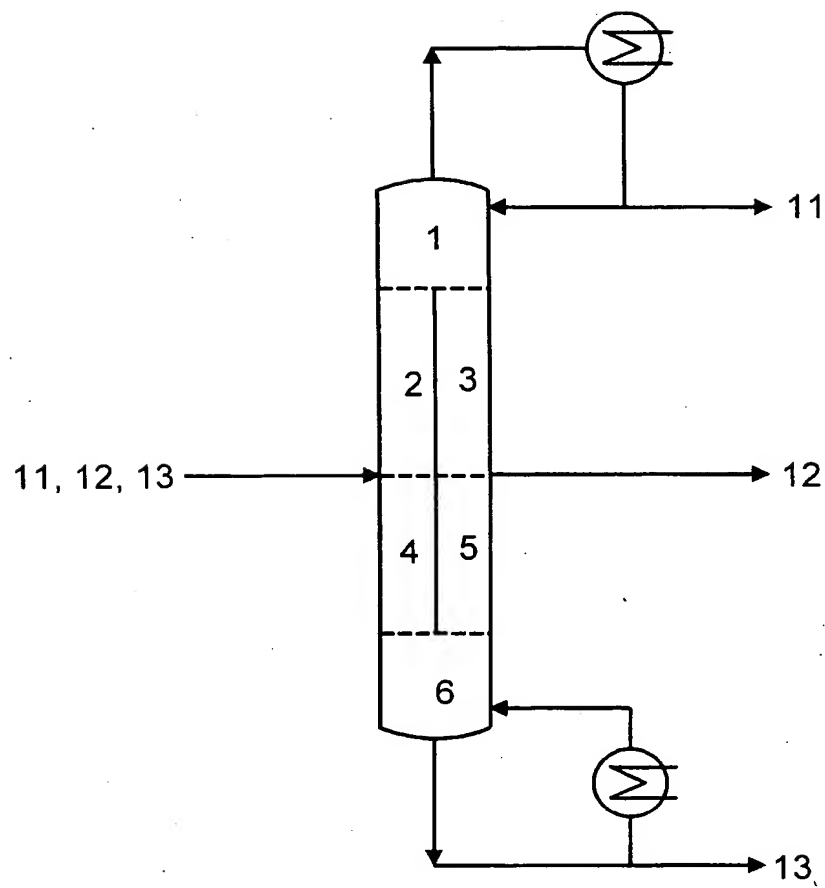


FIG.2

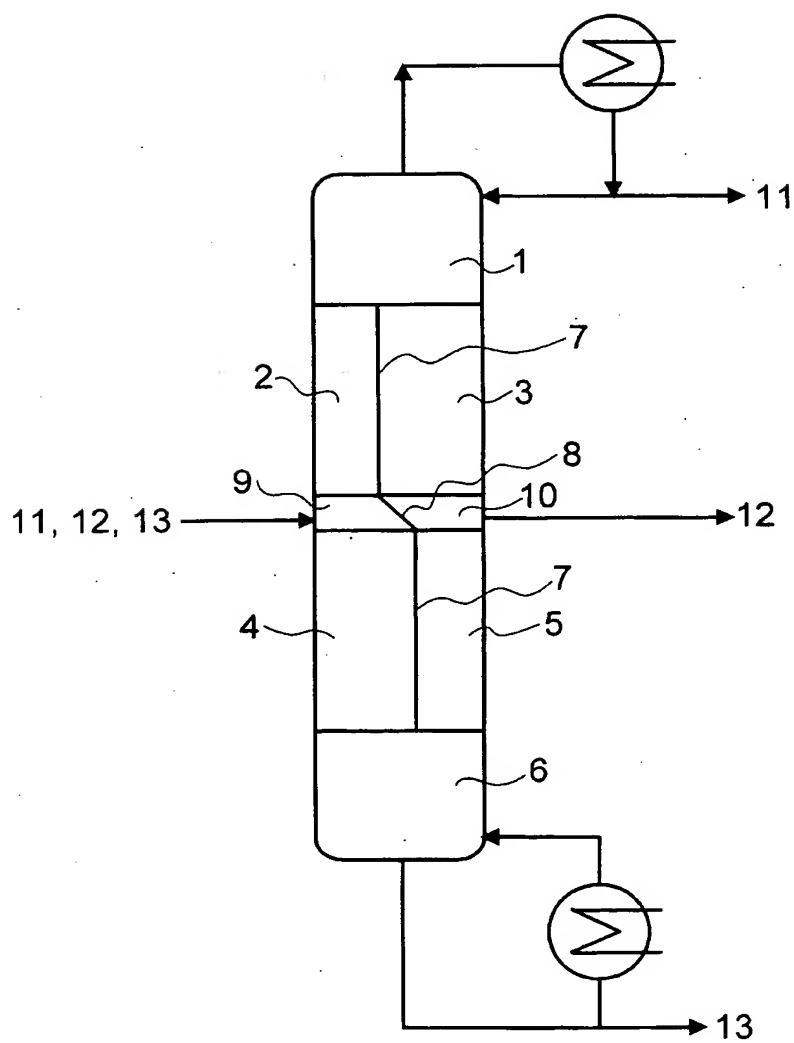
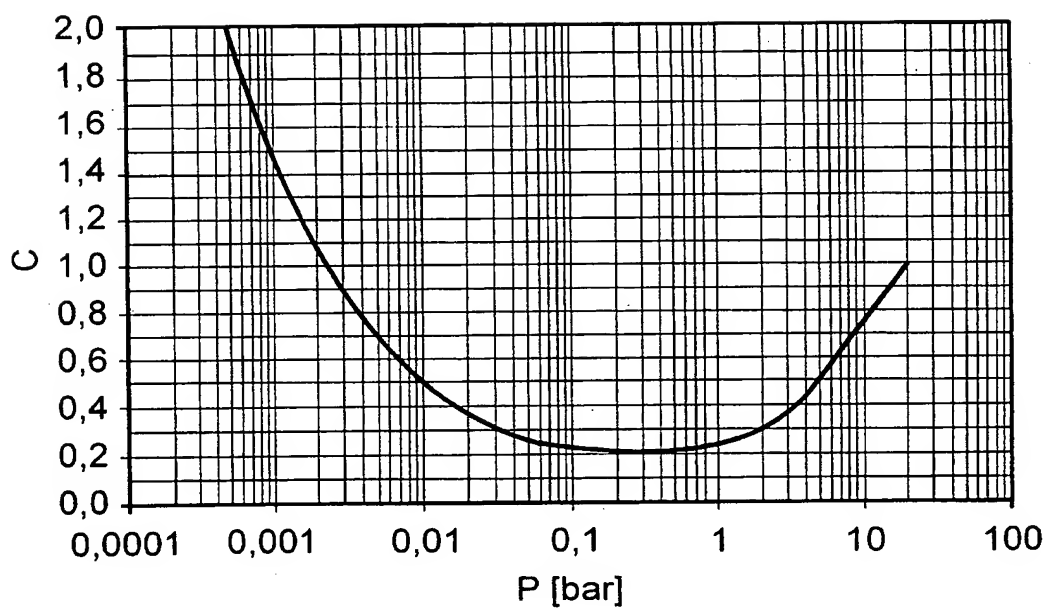
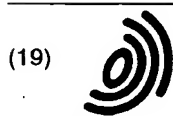




FIG.3



**This Page Blank (uspto)**



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11) EP 1 127 601 A3

(12) EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(88) Veröffentlichungstag A3:  
24.04.2002 Patentblatt 2002/17

(51) Int Cl.<sup>7</sup>: B01D 3/14

(43) Veröffentlichungstag A2:  
29.08.2001 Patentblatt 2001/35

(21) Anmeldenummer: 01103686.0

(22) Anmeldetag: 23.02.2001

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE TR  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
AL LT LV MK RO SI

- Hartmann, Horst  
67459 Böhl-Iggelheim (DE)
- Kaibel, Gerd, Dr.  
68623 Lampertheim (DE)
- Harms, Guido, Dr.  
67117 Limburgerhof (DE)

(30) Priorität: 24.02.2000 DE 10008634

(71) Anmelder: BASF AKTIENGESELLSCHAFT  
67056 Ludwigshafen (DE)

(74) Vertreter: Isenbruck, Günter, Dr. et al.  
Patent- und Rechtsanwälte,  
Bardehle-Pagenberg-Dost-Altenburg-Geissler-I  
senbruck  
Theodor-Heuss-Anlage 12  
68165 Mannheim (DE)

(72) Erfinder:  
• Burst, Wolfram  
68199 Mannheim (DE)

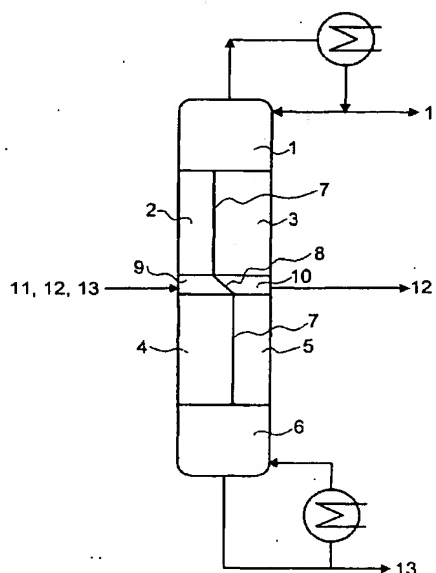
(54) Trennwandkolonne zur Auftrennung eines Vielstoffgemisches

(57) Die Erfindung betrifft eine Trennwandkolonne,  
die folgende Segmente aufweist:

- a) Einen oberen Kolonnenbereich (1),
- b) ein Verstärkungsteil (2) des Zulaufteils,
- c) ein Abtriebsteil (4) des Zulaufteils,
- d) ein oberen Teil (3) des Entnahmeteils,
- e) ein unteren Teil (5) des Entnahmeteils,
- f) einen Zwischenbereich (9) des Zulaufteils,
- g) einen Zwischenbereich (10) des Entnahmeteils  
und
- h) einen unteren Kolonnenbereich (6)

Wesentlich ist, daß die Trennwand (7) zwischen den Segmenten b) (2) und d) (3) sowie zwischen den Segmenten c) (4) und e) (5) senkrecht angeordnet ist, die Segmente b) (2), d) (3), c) (4) und e) (5) trenn wirksame Einbauten aufweisen und die Querschnittsfläche  $A_b$  des Segmentes b) (2) um mindestens 10% kleiner ist als die Querschnittsfläche  $A_d$  von Segment d) (3), sowie die Querschnittsfläche  $A_c$  des Segmentes c) (4) um mindestens 10% größer ist als die von Segment e) (5).

FIG.2



EP 1 127 601 A3

## EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung  
EP 01 10 3686

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
A	EP 0 823 604 A (PRAXAIR TECHNOLOGY INC) 11. Februar 1998 (1998-02-11)		B01D3/14
D,A	EP 0 122 367 A (BASF AG) 24. Oktober 1984 (1984-10-24)		
D,A	EP 0 133 510 A (BASF AG) 27. Februar 1985 (1985-02-27)		
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.7)
			B01D
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort		Abschlußdatum der Recherche	Prüfer
DEN HAAG		6. März 2002	Van Belleghem, W
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE			
<p>X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet  Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie  A : technologischer Hintergrund  O : mündliche Offenbarung  P : Zwischenliteratur</p> <p>T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze  E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist  D : in der Anmeldung angeführtes Dokument  L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument</p> <p>&amp; : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument</p>			

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT  
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 01 10 3686

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patendokumente angegeben.  
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am  
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

06-03-2002

Im Recherchenbericht angeführtes Patendokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 0823604      A	11-02-1998	US      5669236 A	23-09-1997
		BR      9703046 A	25-08-1998
		CA      2204458 A1	05-02-1998
		CN      1174322 A	25-02-1998
		EP      0823604 A2	11-02-1998
EP 0122367      A	24-10-1984	DE      3302525 A1	26-07-1984
		EP      0122367 A2	24-10-1984
		JP      59142801 A	16-08-1984
EP 0133510      A	27-02-1985	DE      3327952 A1	14-02-1985
		CA      1222717 A1	09-06-1987
		DE      3460936 D1	20-11-1986
		EP      0133510 A1	27-02-1985
		JP      60075304 A	27-04-1985

EPO FORM PC461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82

Page Blank (uspto)

**This Page Blank (uspto)**

(19)



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11)

EP 1 127 601 A3

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(88) Veröffentlichungstag A3:  
24.04.2002 Patentblatt 2002/17

(51) Int Cl.7: B01D 3/14

(43) Veröffentlichungstag A2:  
29.08.2001 Patentblatt 2001/35

(21) Anmeldenummer: 01103686.0

(22) Anmeldetag: 23.02.2001

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE TR  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
AL LT LV MK RO SI

- Hartmann, Horst  
67459 Böhl-Iggelheim (DE)
- Kaibel, Gerd, Dr.  
68623 Lampertheim (DE)
- Harms, Guido, Dr.  
67117 Limburgerhof (DE)

(30) Priorität: 24.02.2000 DE 10008634

(71) Anmelder: BASF AKTIENGESELLSCHAFT  
67056 Ludwigshafen (DE)

(74) Vertreter: Isenbruck, Günter, Dr. et al  
Patent- und Rechtsanwälte,  
Bardehle-Pagenberg-Dost-Altenburg-Geissler-Isenbruck  
Theodor-Heuss-Anlage 12  
68165 Mannheim (DE)

(72) Erfinder:  
• Burst, Wolfram  
68199 Mannheim (DE)

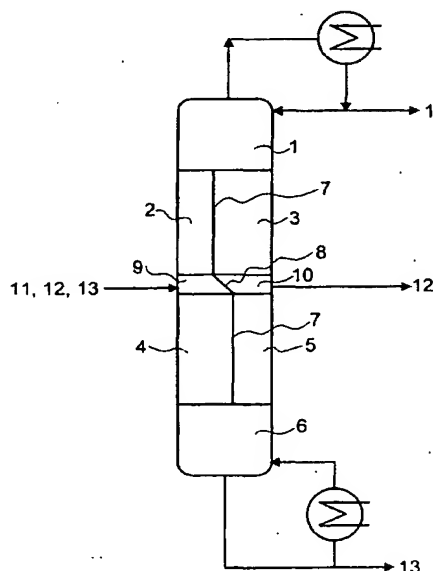
(54) Trennwandkolonne zur Auftrennung eines Vielstoffgemisches

(57) Die Erfindung betrifft eine Trennwandkolonne, die folgende Segmente aufweist:

- a) Einen oberen Kolonnenbereich (1),
- b) ein Verstärkungsteil (2) des Zulaufteils,
- c) ein Abtriebsteil (4) des Zulaufteils,
- d) ein oberen Teil (3) des Entnahmeteils,
- e) ein unteren Teil (5) des Entnahmeteils,
- f) einen Zwischenbereich (9) des Zulaufteils,
- g) einen Zwischenbereich (10) des Entnahmeteils und
- h) einen unteren Kolonnenbereich (6)

Wesentlich ist, daß die Trennwand (7) zwischen den Segmenten b) (2) und d) (3) sowie zwischen den Segmenten c) (4) und e) (5) senkrecht angeordnet ist, die Segmente b) (2), d) (3), c) (4) und e) (5) trennwirksame Einbauten aufweisen und die Querschnittsfläche  $A_b$  des Segmentes b) (2) um mindestens 10% kleiner ist als die Querschnittsfläche  $A_d$  von Segment d) (3), sowie die Querschnittsfläche  $A_c$  des Segmentes c) (4) um mindestens 10% größer ist als die von Segment e) (5).

FIG.2



EP 1 127 601 A3



Europäisches  
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung  
EP 01 10 3686

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
A	EP 0 823 604 A (PRAXAIR TECHNOLOGY INC) 11. Februar 1998 (1998-02-11)		B01D3/14
D,A	EP 0 122 367 A (BASF AG) 24. Oktober 1984 (1984-10-24)		
D,A	EP 0 133 510 A (BASF AG) 27. Februar 1985 (1985-02-27)		
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.7)
			B01D
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort <b>DEN HAAG</b>		Abschlußdatum der Recherche <b>6. März 2002</b>	Prüfer <b>Van Belleghem, W</b>
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur	

EPO FORM 1503 03/92 (P4/C03)



**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT  
 ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 01 10 3686

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentedokumente angegeben.  
 Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Daten des Europäischen Patentamts am  
 Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

06-03-2002

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 0823604 A	11-02-1998	US 5669236 A	23-09-1997
		BR 9703046 A	25-08-1998
		CA 2204458 A1	05-02-1998
		CN 1174322 A	25-02-1998
		EP 0823604 A2	11-02-1998
EP 0122367 A	24-10-1984	DE 3302525 A1	26-07-1984
		EP 0122367 A2	24-10-1984
		JP 59142801 A	16-08-1984
EP 0133510 A	27-02-1985	DE 3327952 A1	14-02-1985
		CA 1222717 A1	09-06-1987
		DE 3460936 D1	20-11-1986
		EP 0133510 A1	27-02-1985
		JP 60075304 A	27-04-1985

EPO FORM PC/61

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82